

Карагандинский государственный индустриальный университет

УДК 621.762; 669.18; 669.7.018.672

На правах рукописи

**АНДРЕЯЩЕНКО ВИОЛЕТТА АЛЕКСАНДРОВНА**

**Разработка и исследование способа интенсивной пластической деформации для получения субультрамелкозернистых и наноструктурных материалов**

6D074000—Наноматериалы и нанотехнологии  
(по областям применения)

Диссертация на соискание ученой степени  
доктора философии (PhD)

Научный руководитель  
Доктор технических наук,  
Академик НАН ВШ РК,  
академик КНАЕН, профессор  
Найзабеков А.Б.

Научный консультант  
доктор философии, профессор  
Kliber J.  
Технический университет,  
г. Острава, Чешская Республика

Республика Казахстан  
Темиртау, 2013

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ</b> .....	4
<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	5
<b>1 РОЛЬ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ НАНОСТРУКТУРНЫХ МАТЕРИАЛОВ</b> .....	11
1.1 Методы реализации ИПД.....	11
1.1.1 Мультиосевая деформация.....	11
1.1.2 Знакопеременный изгиб.....	12
1.1.3 Аккумулируемая прокатка с соединением.....	13
1.1.4 Кручение под высоким давлением.....	15
1.1.5 Винтовое прессование.....	16
1.1.6 Равноканальное угловое прессование.....	17
1.2 Сплавы системы Al–Si.....	23
1.3 Получение сплавов системы Al-Si-Fe.....	23
1.4 Выводы по разделу.....	26
<b>2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ</b> .....	28
2.1 Методика исследования напряженно-деформированного состояния заготовок при деформировании.....	28
2.2 Изучение фазового состава многокомпонентных сплавов.....	32
2.3 Методика получения порошкового материала.....	34
2.4 Изучение микроструктуры образцов.....	36
2.4.1 Методика подготовки микрошлифов.....	36
2.4.2 Методика подготовки тонких пленок для изучения на просвечивающем электронном микроскопе.....	36
2.4.3 Анализ микроструктуры и микротвердости образцов.....	37
2.5 Методика определения механических характеристик.....	38
<b>3 ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ</b> .....	40
3.1 Определение усилия деформирования при РКУП в угловой матрице.....	40
3.2 Моделирование процесса равноканального углового прессования.....	45
3.3 Выводы по разделу.....	68
<b>4 ИССЛЕДОВАНИЕ РКУП АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА</b> .....	69
4.1 Постановка эксперимента.....	69
4.2 Формирование микроструктуры в процессе РКУП.....	72
4.3 Микроструктура сплава в приграничных зонах образца.....	81
4.4 Изучение тонкой структуры.....	82
4.5 Механические свойства алюминиевого сплава после РКУП и фрактография изломов.....	83
4.6 Исследование влияния противодавления при равноканальном угловом прессовании на деформационное поведение сплава.....	85
4.7 Выводы по разделу.....	86
<b>5 ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ СПЛАВОВ НА АЛЮМИНИЕВОЙ ОСНОВЕ НА ПРИМЕРЕ СИЛУМИНА</b> .....	88
5.1 Структурное состояние сплава перед деформированием.....	88
5.2 Определение пластичности алюминиевого сплава при РКУП .....	95

5.3 Деформационное поведение сплава и его механические свойства.....	98
5.4 Деформационное упрочнение алюминиевого сплава системы Al-Si-Mn-Fe .....	104
5.5 Структурные изменения в сплаве при деформировании.....	109
5.6 Фрактография изломов после РКУПП.....	122
5.7 Формирование наноструктуры при реализации РКУПП.....	126
5.8 Изменение показателей пластичности сплава в результате РКУПП.....	130
5.9 Выводы по разделу.....	132
<b>6 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И ДЕФОРМИРОВАНИЯ СПЛАВА СИСТЕМЫ AL-SI-FE.....</b>	<b>134</b>
6.1 Постановка задачи получения сплавов системы Al-Si-Fe.....	134
6.2 Компьютерное моделирование технологии получения сплава системы Al-Si-Fe.....	135
6.3 Разработка технологии получения сплава системы Al-Si-Fe методом сплавления.....	140
6.4 Разработка технологии получения сплава системы Al-Si-Fe методом механической активации в сочетании с равноканальным угловым прессованием.....	147
6.4.1 Моделирование РКУП и РКУПП пористого материала.....	147
6.4.2 Экспериментальная оценка получения компактного материала совмещением порошковой металлургии и РКУП.....	154
6.4.3 Выбор технологических параметров процесса.....	157
6.5 Выводы по разделу.....	163
<b>7 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ УПРОЧНЕНИЯ СТАЛЬНЫХ ЗАГОТОВОВОК.....</b>	<b>164</b>
7.1 Исследование влияния внешних факторов при угловом прессовании....	164
7.1.1 Анализ влияния температурного воздействия со стороны инструмента на напряжения заготовки.....	164
7.1.2 Анализ кинематики при горячем многоцикловом РКУП.....	167
7.1.3 Анализ влияния геометрии каналов инструмента на напряженное состояние деформируемых заготовок.....	170
7.2 Влияние РКУПП на процесс структурообразования.....	171
7.3 Влияние условий охлаждения на микроструктуру образцов, полученных РКУПП.....	175
7.4 Влияние кантовки образца на микроструктуру при РКУПП.....	181
7.5 Влияние РКУПП на формирование границ зерен.....	185
7.6 Влияние РКУПП на фазовый состав стали 35.....	188
7.7 Опытно-промышленное опробование новой технологии получения наноструктурных материалов методом пластической деформации.....	191
7.8 Выводы по разделу.....	201
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....</b>	<b>203</b>
<b>СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....</b>	<b>205</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А – АКТ ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННОГО ОПРОБОВАНИЯ.....</b>	<b>215</b>

## **ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**

ИПД – интенсивная пластическая деформация  
СУМЗ – субультрамелкозернистый  
РКУП – равноканальное угловое прессование  
РКУПП – равноканальное угловое прессование с противодавлением  
МВК – многократная всесторонняя ковка  
АПС – аккумулируемая прокатка с соединением  
МКЭ – метод конечных элементов  
БЗ – балл зерна  
СЭМ – сканирующая электронная микроскопия  
ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия  
ОМ – оптическая микроскопия  
 $\sigma_b$  – предел прочности (временное сопротивление)  
 $\sigma_t$  – предел текучести  
 $\delta$  – относительное остаточное удлинение  
 $\psi$  – относительное остаточное сужение  
 $\Lambda_p$  – предельная пластичность  
 $\omega$  – поврежденность  
МКМ – микрометр  
нм – нанометр

## ВВЕДЕНИЕ

### Актуальность исследования

Исследования влияния структуры на свойства, проявляемые наноматериалами, имеет большое значение для современного наноструктурного материаловедения [1]. При создании наноструктуры в материале происходит принципиальное изменение его свойств, проявляемых им в обычном крупнозернистом состоянии. В этом заключается прикладной интерес к этой группе материалов [2]. Проявление эффекта мелкого зерна свойственно для субультрамелкозернистых (СУМЗ) с размером зерен 1 мкм - 0,1 мкм и наноструктурных материалов с размером структурных составляющих менее 0,1 мкм. Основой метода получения СУМЗ и наноструктурных материалов является создание фрагментированной и сильно разориентированной структуры за счет воздействия больших деформаций. Создание больших деформаций без существенного изменения размеров деформируемого материала невозможно достичь традиционными методами обработки [2, с. 46-61].

Для получения массивных образцов, с субультрамелкозернистой и/или наноструктурой используется преимущественно интенсивная пластическая деформация (ИПД). В настоящее время разработаны разнообразные методы обработки материалов, обеспечивающие измельчение зернистой структуры. Установлено, что для получения СУМЗ и наноструктурных материалов необходимо сочетание немонотонной и интенсивной деформации. При этом происходит интенсивное генерирование новых дислокаций, эволюция дислокационной структуры и перестройки малоугловых границ фрагментов структуры в высокоугловые [3-4]. При обработке этого типа материалов необходимо обеспечить высокий уровень гидростатического давления, с целью исключения формирования микротрещин и разрушения материала при обработке [5]. Достижение высоких свойств наноструктурных материалов обеспечивается высокой разориентировкой границ зерен [6].

Исследование сплавов системы Al-Si, содержащие такие элементы, как железо, медь, марганец, является одним из перспективных направлений в металлургии и материаловедении. Сплавы с повышенным содержанием кремния проявляют хорошее сопротивление износу, жидкотекучесть и термическую стабильность. Однако эти сплавы плохо обрабатываются давлением из-за склонности к образованию трещин. Высокое содержание железа вызывает повышение прочности, а присутствие марганца снижает отрицательное действие железа, изменяя морфологию структурных соединений.

Получение сплава системы Al-Si-Fe с рациональным содержанием элементов, обеспечивающим высокую прочность данного сплава и при этом возможность воспринимать пластическую деформацию, является актуальной задачей. На данном этапе развития науки и техники широкое распространение получили сплавы системы Al-Si-Fe с добавлением таких элементов, как Mn, Cu, Ti и др. во многих отраслях промышленности. Однако увеличение технических характеристик промышленно-используемых сплавов также является

перспективным направлением. Несмотря на перспективность цветных сплавов, подавляющее большинство использования принадлежит черным металлам. Для изготовления ответственных изделий применяются высокопрочные высоколегированные стали, себестоимость производства которых существенно превышает себестоимость обычных углеродистых сталей.

В связи с этим, совершенствование традиционных и разработка принципиально новых технологических процессов обработки металлов давлением, направленных на получение металла с субультрамелкозернистой и/или наноструктурой и высокими механическими и эксплуатационными свойствами при малом изменении площади поперечного сечения заготовки, является актуальной задачей.

В настоящей работе проведено теоретическое исследование нового способа реализации интенсивной пластической деформации с применением аналитических расчетов и компьютерного моделирования. Экспериментально исследован новый способ обработки промышленных деформируемых сплавов системы Al-Si-Fe с Cu и литьевых сплавов указанной системы с Mn. Разработаны новые способы получения сплава системы Al-Si-Fe с рациональным содержанием элементов, включающие интенсивную пластическую деформацию методом равноканального углового прессования с противодавлением. Новый метод применен не только к легким сплавам, но также к стальным заготовкам для увеличения их эксплуатационных характеристик.

### **Объект исследования**

Объектом исследования являлся метод равноканального углового прессования со ступенью в выходном канале примененный к материалам на основе Al-Si-Fe-Cu, Al-Si-Fe-Mn, Al-Si-Fe и стали марки 35.

### **Цель исследования**

Целью настоящей работы является разработка нового способа интенсивного пластического деформирования и его экспериментальное исследование для создания субультрамелкозернистых и наноструктурных материалов.

### **Задачи исследования**

1) определение усилия деформирования при использовании нового способа получения субультрамелкозернистых и наноструктурных материалов; изучение напряженно-деформированного состояния при реализации нового способа;

2) изучение влияния нового способа деформирования на структуру и свойства деформируемого алюминиевого сплава и сравнение с известным способом равноканального углового прессования (РКУП);

3) исследование влияния технологических факторов при равноканальном угловом прессовании с противодавлением на показатели механических свойств, параметры субультрамелкозернистой/наноструктуры, предельную пластичность;

4) выявление особенностей формирования субультрамелкозернистой структуры и наноструктуры в заготовках из легких и черных металлов при

реализации нового способа интенсивной пластической деформации; компьютерное моделирование фазового состава сплава системы Al–Si–Fe для выбора наиболее рационального состава сплава и разработка технологии получения сплава системы Al–Si–Fe с рациональным составом с использованием нового способа деформирования; проведение опытно-промышленного опробования новой технологии получения субультрамелкозернистых и наноструктурных материалов методом пластической деформации.

**Научная новизна** заключается в том, что впервые:

- установлены закономерности изменения напряженно-деформированного состояния заготовок в процессе равноканального углового прессования с противодавлением, зависимость усилия деформирования от параметров инструмента для равноканального углового прессования со ступенью в выходном канале;

- экспериментальным путем выявлены зависимости предельной пластичности сплава системы Al–Fe–Si–Mn от показателя напряженного состояния и структурных характеристик, зависимости деформационного упрочнения сплава системы Al–Fe–Si–Mn от технологических параметров РКУПП, выявлены особенности изменения микроструктуры и механических характеристик сплава системы Al–Fe–Si–Mn от технологических параметров РКУПП;

- установлены зависимости параметров микроструктуры и уровня механических характеристик сплавов систем Al–Si–Fe, Al–Si–Fe–C и стали марки 35 от технологических и геометрических параметров равноканального углового прессования с противодавлением;

- определены зависимости формирования субультрамелкозернистой структуры и наноструктуры заготовок из легких и черных металлов от технологии их обработки.

### **Научно-практическая значимость работы**

На основе проведенных исследований разработан новый способ прессования заготовок из черных и цветных металлов, обеспечивающий повышение механических характеристик заготовок за счет создания субультрамелкозернистой и наноструктуры. Разработаны научно-обоснованные методики новых технологических процессов прессования и инструмента при реализации интенсивной пластической деформации. Разработано два новых способа получения сплава системы алюминий-кремний-железо, обеспечивающие упрощение и сокращение объема технологических операций при его производстве. На основе разработок по изложенной проблеме модернизированы лекционные курсы и внедрены в учебный процесс лабораторные и практические работы по теоретическим и технологическим дисциплинам для студентов специальностей «Технология обработки материалов давлением», «Машиностроение» и магистрантов специальностей «Машиностроение» и «Материаловедение и технология новых материалов», проводимые в Карагандинском государственном индустриальном университете.

## **Основные положения, выносимые на защиту**

- 1) Зависимость напряженно-деформированного состояния и усилия деформирования при равноканальном угловом прессовании с противодавлением от геометрических параметров инструмента и условий деформирования;
- 2) Зависимость параметров микроструктуры и механических свойств от технологических параметров процесса равноканального углового прессования с противодавлением стали и сплавов на основе алюминия;
- 3) Зависимость предельной пластичности алюминиевого сплава от условий деформирования при равноканальном угловом прессовании с противодавлением и размеров структурных составляющих;
- 4) Зависимость формирования субультрамелкозернистой структуры и наноструктуры заготовок из легких и черных металлов от технологии их обработки.

## **Связь работы с научно-исследовательскими проектами**

Работа выполнена в соответствие со следующими бюджетными программами:

- 1) «Развитие нанонауки и нанотехнологий в Республике Казахстан на 2010-2012 годы» по теме «Разработка и опытно-промышленное опробование новых технологий получения объемных наноструктурных материалов ковкой и прокаткой».
- 2) 120 «Грантовое финансирование научных исследований» фундаментальные исследования в области естественных наук по теме: «Разработка и совершенствование технологии получения и деформирования сплава системы Al-Si-Fe с целью обеспечения способности к пластическому деформированию и придания высокого уровня физико-механических характеристик» на 2012-2014 гг.
- 3) 120 «Грантовое финансирование научных исследований» технология получения новых материалов по теме «Разработка теоретических и технологических основ получения сплава системы Al-Si-Fe с оптимальным химическим составом, обеспечивающим способность подвергаться интенсивному пластическому деформированию» на 2012-2014 гг.
- 4) 101 «Грантовое финансирование научных исследований» фундаментальные исследования в области естественных наук по теме: «Разработка теоретических и технологических основ получения призматических заготовок с высоким уровнем физико-механических характеристик за счет реализации схемы простого сдвига в валковом инструменте» на 2012-2014 гг.
- 5) 055 «Научная и/или научно-техническая деятельность» 101 «Грантовое финансирование научных исследований» «Технологии получения новых материалов» на тему: «Разработка литейно-деформационной технологии получения композиционных материалов на основе алюминиевой матрицы с применением углеродосодержащего ультрадисперсного сырья» 2013-2015 гг.

## **Личный вклад автора**

Результаты исследований, представленные в диссертации получены автором лично. Компьютерное моделирование и обработка полученных результатов проводилось автором лично. Обсуждение и анализ данных проводилось совместно с научными консультантами: д.т.н., академиком НАН ВШ РК, академиком КНАЕН, профессором Найзабековым А.Б. и зарубежным консультантом доктором философии, профессором Kliber J.

## **Апробация работы**

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих международных конференциях, семинарах: Международной научно-практической конференции «Применение инновационных технологий в научных исследованиях» (Курск, Российская Федерация, 2010), 4-й Всероссийской научно-практической конференции «Научное творчество XXI века» (Красноярск, Российская Федерация, 2011), Международной научно-практической конференции «Инженерные системы – 2011» (Москва, Российская Федерация, 2011), Всероссийской молодежной конференции «Машиностроение – традиции и инновации» (Юрга Российская Федерация, 2011), Международной научно-технической конференции «Инновационные технологии обработки металлов давлением» (Москва, Российская Федерация, 2011), 6-й Международной научно-практической конференции «Научно-технический прогресс в металлургии» (Темиртау, Республика Казахстан, 2011), 3<sup>rd</sup> International Conference «Nanoco 2011» (Брюно, Чешская Республика, 2011), XIII International scientific conference «New technologies and achievements in metallurgy and materials engineering» (Czestochowa, Poland 2012), International conference on Metallurgy and Materials «Metal» (Брюно, Чешская Республика, 2012, 2013), Международной научно-практической конференции «Горное дело и металлургия в Казахстане. Состояние и перспективы» (Алматы, Республика Казахстан, 2012), 6-й Международной молодежной научно-практической конференции «Инновационные технологии в металлургии и машиностроении. Уральская научно-педагогическая школа имени профессора А.Ф. Головина» (Екатеринбург, Российская Федерация, 2012), X Международной научной конференции «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов» (Алматы, Республика Казахстан, 2013), Международной школе-семинаре «Инновационные технологии и исследования, направленные на развитие зеленой энергетики и глубокой переработки продукции» (Усть-Каменогорск, Республика Казахстан, 2013).

## **Публикации**

Основные научные результаты диссертации на соискание ученой степени доктора философии (PhD) опубликованы в 29 публикациях по теме диссертации, в том числе 7 в научных изданиях, рекомендуемых ККАСОН, 2 в международных научных изданиях, имеющих по данным информационной базы компании Томсон Рейтер (ISI Web of knowledge, Tomson Reuters) ненулевой импакт-фактор и входящих в базу данных компании Scopus, 17 в материалах конференций, в том числе 15 в материалах международных конференций, в том

числе 4 в материалах зарубежных конференций и 3 инновационных патентах. По данным информационного ресурса Web of knowledge индекс Хирша равен 1.

### **Объем и структура работы**

Диссертационная работа объемом 216 страниц состоит из введения, 7 разделов, заключения и приложения. В работе содержится 180 рисунков, 20 таблиц. Список литературы включает 121 библиографическую ссылку.